

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-097720

(43)Date of publication of application : 11.04.1995

(51)Int.Cl.

D01F 8/14

D01D 5/36

D01F 6/60

(21)Application number : 05-236721

(71)Applicant : TETRA INTERNATL KK

(22)Date of filing : 22.09.1993

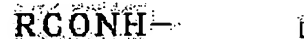
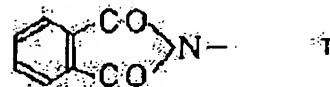
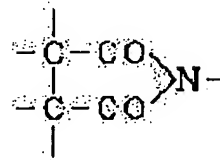
(72)Inventor : INADA SHUJI  
NOGUCHI KENTARO

## (54) INCORPORATED FIBER AND ITS PRODUCTION

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an incorporated fiber useful for producing ultra-fine fiber and porous fiber, by making a polyester and a polyamide form a clear sea-island structure, comprising one of the polyester inactive to amide-ester exchange reaction and the aliphatic polyamide as an island component and the other as a sea component.

CONSTITUTION: An island component having 0.2-0.8 $\mu$ m<sup>2</sup> section area and 2,000-4,000 $\mu$ m<sup>3</sup> volume is formed from one of (A) a polyester inactive to amide-ester exchange reaction and (B) an aliphatic amide and a sea component is composed of the other. The component A is mixed with an inactivating agent (n-octadecyl phosphite, triphenyl phosphite or triphenyl phosphate) to inactivate the residual catalyst in the polyester. A modified polyamide obtained by substituting an amino group at the end of a polyamide with any of groups formula I to formula III (R is H, 1-30C aliphatic, alicyclic or aromatic residue) is preferable as the polyamide of the component B. A block copolymer will not be formed between the component A and the component B in the fiber.



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-97720

(43)公開日 平成7年(1995)4月11日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
D 0 1 F 8/14		C 7199-3B		
D 0 1 D 5/36		7199-3B		
D 0 1 F 6/60	3 3 1	7199-3B		

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平5-236721

(22)出願日 平成5年(1993)9月22日

(71)出願人 592177719

テトラインターナショナル株式会社

大阪府大阪市北区天神橋5丁目7番10号

(72)発明者 稲田 修司

兵庫県西宮市松並町1番3-302号

(72)発明者 野口 健太郎

埼玉県草加市神明2丁目4番18号

(74)代理人 弁理士 西藤 征彦

(54)【発明の名称】 混合紡糸繊維およびその製法

(57)【要約】

【目的】 ポリエステルとポリアミドが鮮明な海島構造を形成してなる混合紡糸繊維およびその製法を提供する。

【構成】 下記の(A)成分および(B)成分のいずれか一方が断面積0.2~0.8平方ミクロンでその体積が2000~40000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の混合紡糸繊維であって、上記(A)成分と(B)成分との間にブロックポリマーが生成されていない。(A) アミド-エステル交換反応に不活性なポリエステル。

(B) 脂肪族ポリアミド。

## 【特許請求の範囲】

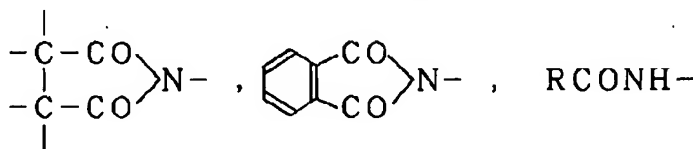
【請求項1】 下記の(A)成分および(B)成分のいずれか一方が断面積0.2~0.8平方ミクロンでその体積が2000~4000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の混合紡糸繊維であって、上記(A)成分と(B)成分との間にブロックポリマーが生成されていないことを特徴とする混合紡糸繊維。

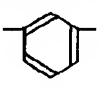

\* (A) アミド-エステル交換反応に不活性なポリエステル。

(B) 脂肪族ポリアミド。

【請求項2】 上記(B)成分である脂肪族ポリアミドの末端アミノ基が、下記の3種類の置換基のいずれかによって置換され、アミド化反応に不活性となっている請求項1記載の混合紡糸繊維。

\* 【化1】



ここで、Rは水素原子または炭素数1~30の脂肪族、脂環族、芳香族の残基、 SO<sub>2</sub>M (Mはアルカリ金属原子)、  
あるいは   $-CH_2-(OCH_2-\overset{R_1}{\underset{|}{CH}})_n-OR_2$  (R<sub>1</sub>は水素原子またはメチル基、R<sub>2</sub>は炭素数1~30の脂肪族、脂環族の残基、nは1~500の整数)を表す。

【請求項3】 二軸押出機において、上流側と下流側の2個所に原料供給口を設け、上記上流側の原料供給口に、残留触媒を含んだポリエステルを、上記残留触媒を完全に不活性化しうる量の不活性化剤とともに供給し、上記下流側の原料供給口に脂肪族ポリアミドを供給し、上記ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを溶解混合し、両者のいずれか一方が体積2000~4000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の溶解体組成物とし、ついで混合紡糸繊維とすることを特徴とする混合紡糸繊維の製法。

【請求項4】 下流側の原料供給口に脂肪族ポリアミドを供給する際に、上記脂肪族ポリアミドとともに、脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換して不活性化しうる量の化学置換剤を供給し、上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性となるよう変性するようにした請求項3記載の混合紡糸繊維の製法。

【請求項5】 二軸押出機において、上流側と下流側の2個所に原料供給口を設け、上記上流側の原料供給口に脂肪族ポリアミドを、上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換して不活性化しうる量の化学置換剤とともに供給し、下流側の原料供給口に、残留触媒を含んだポリエステルを、上記残留触媒を完全に不活性化しうる量の不活性化剤とともに供給し、上記脂肪族ポリアミド

の末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性となるよう変性するとともに上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルのアミド-エステル交換反応に不活性となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを溶解混合し、両者のいずれか一方が体積2000~4000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の溶解体組成物とし、ついで混合紡糸繊維とすることを特徴とする混合紡糸繊維の製法。

【請求項6】 一軸押出機において、原料供給口に、残留触媒を含んだポリエステルと、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しうる量の不活性化剤と、脂肪族ポリアミドと、上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換して不活性化しうる量の化学置換剤とを供給し、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルのアミド-エステル交換反応に不活性となるよう変性するとともに上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性化となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを溶解混合し、両者のいずれか一方が体積2000~4000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の溶解体組成物とし、ついで混合紡糸繊維とすることを特徴とする混合紡糸繊維の製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ポリエステルと脂肪族

ポリアミドとが海島構造を形成してなる混合紡糸繊維およびその製法に関するものである。

#### 【0002】

【従来の技術】従来から、混合紡糸繊維は、繊維の静電特性や染色性等の改質に利用されている。また、混合紡糸繊維を構成する複数成分のうちのいずれかを除去することにより極細繊維や多孔質繊維がつくられ、これらは人工皮革基布素材等、各種の用途に用いられている。このような混合紡糸繊維は、通常、2成分以上のポリマーをチップ状で押出機に供給して混合紡糸繊維を得るチップブレンド法、多芯芯鞘法、多層状混合紡糸法等の方法で得られる。そして、得られた混合紡糸繊維の構造は、分散した一方のポリマー（島）が他のポリマー（海）に囲まれた海島構造となる。そして、上記混合紡糸繊維の海成分を抽出除去すれば極細繊維が得られ、島成分を除去すれば多孔質繊維が得られる。

【0003】上記混合紡糸繊維の海成分もしくは島成分を除去して極細繊維や多孔質繊維をつくる場合、通常、有機溶剤によるポリマーの抽出除去が行われるが、この方法は、設備費、工程費が高くつく上、保安衛生および環境対策等にも多額の費用を必要とするため、混合紡糸繊維からポリマー成分を除去する際に、溶剤抽出を行わない技術の開発が望まれている。

#### 【0004】

【発明が解決しようとする課題】これに対し、従来から繊維素材として汎用されているポリエステルが、アルカリ酸化によって除去できる特性を有していることから、上記ポリエステルの混合紡糸繊維の成分として用いることが検討されている。しかしながら、上記ポリエステルとポリアミドとを組み合わせた混合紡糸繊維を得ようとすると、米国特許3,849,514に開示されているように、通常のポリエステルとポリアミドとの組み合わせでは、両者を熔融混合する際に、その初期過程でポリエステルとポリアミドのブロックポリマーが生成し、その後、ポリエステルとポリアミドのランダム共重合体が生成することがわかっている。このように、ブロックポリマーやランダム共重合体が生成すると、ポリエステルとポリアミドの2成分が、混合紡糸繊維に適した鮮明な海島構造に分散しない。したがって、ポリエステルとポリアミドからなる混合紡糸繊維を得ることは困難であり、その解決が強く望まれている。

【0005】本発明は、このような事情に鑑みなされたもので、ポリエステルとポリアミドが鮮明な海島構造を形成してなる混合紡糸繊維およびその製法の提供をその目的とする。

#### 【0006】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するため、本発明は、下記の（A）成分および（B）成分のいずれか一方が断面積0.2～0.8平方ミクロンでその体積が2000～40000立方ミクロンの島成分を形

成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の混合紡糸繊維であって、上記（A）成分と（B）成分との間にブロックポリマーが生成されていない混合紡糸繊維を第1の要旨とする。

（A）アミド-エステル交換反応に不活性なポリエステル。

（B）脂肪族ポリアミド。

【0007】また、二軸押出機において、上流側と下流側の2個所に原料供給口を設け、上記上流側の原料供給口に、残留触媒を含んだポリエステルを、上記残留触媒を完全に不活性化しうる量の不活性化剤とともに供給し、上記下流側の原料供給口に脂肪族ポリアミドを供給し、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルがアミド-エステル交換反応に不活性となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを熔融混合し、両者のいずれか一方が体積2000～40000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の熔融体組成物とし、ついで混合紡糸繊維とする混合紡糸繊維の製法を第2の要旨とし、同じく二軸押出機において、上流側と下流側の2個所に原料供給口を設け、上記上流側の原料供給口に脂肪族ポリアミドを、上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換して不活性化しうる量の化学置換剤とともに供給し、下流側の原料供給口に、残留触媒を含んだポリエステルを、上記残留触媒を完全に不活性化しうる量の不活性化剤とともに供給し、上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性となるよう変性するとともに上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルがアミド-エステル交換反応に不活性となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを熔融混合し、両者のいずれか一方が体積2000～40000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の熔融体組成物とし、ついで混合紡糸繊維とする混合紡糸繊維の製法を第3の要旨とする。

【0008】さらに、一軸押出機において、原料供給口に、残留触媒を含んだポリエステルと、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しうる量の不活性化剤と、脂肪族ポリアミドと、上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換して不活性化しうる量の不活性化剤とを供給し、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルがアミド-エステル交換反応に不活性となるよう変性するとともに上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを熔融混合し、両者のいずれか一方が体積2000～40000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の熔融体組成物とし、ついで混合紡糸繊維とする混合紡糸繊維の製法を第4の要旨とする。

#### 【0009】

【作用】すなわち、本発明者らは、ポリエステルとポリアミドの間に、ブロックポリマーやランダム共重合体を生成させずに両者を混合溶融紡糸する方法について一連の研究を行った。そして、その過程で、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーやランダム共重合体は、ポリエステルのエステル結合とポリアミドのアミド結合の間において、ポリエステル製造工程で添加されそのままポリエステル中に残留する触媒の存在によってアミド-エステル交換反応が促進されて生成することが判明した。そこで、上記アミド-エステル交換反応の触媒要因と考えられるポリエステルの残留触媒（三酸化アンチモン、アンチモングリコラート等のアンチモン化合物、水酸化ゲルマニウム、ゲルマニウムグリコラート、非晶質二酸化ゲルマニウム等のゲルマニウム化合物、テトライソプロピルチタネート、テトラブチルチタネート等のチタン化合物等）を、米国特許3,483,154、仏特許2,343,778に開示されているような、水、 $As_2O_3$ 、 $As_2O_5$ あるいはリン化合物等の添加剤によって不活性化し、アミド-エステル交換反応に不活性なポリエステルにした上で、ポリアミドと混合溶融紡糸すれば、ブロックポリマー等を生じることなく目的とする混合紡糸繊維を得ることができるのではないかと想起してさらに研究を続けた結果、本発明に到達した。

【0010】つぎに、本発明を詳細に説明する。

【0011】まず、本発明に用いるポリエステルとしては、繊維用に生産されているポリエチレンテレフタレートを中心とするポリエステルが好適である。上記ポリエス\*

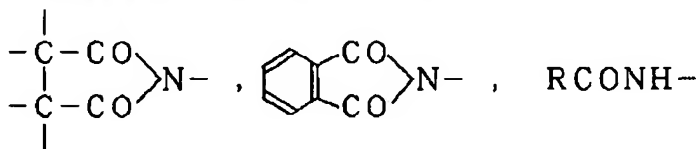
\*テルは、溶融紡糸が可能で、アルカリ酸化により容易に除去することができる。なお、上記ポリエステルには、前述のように、ポリエステル製造時に、各種の重合触媒が添加されており、それが何らかの形態でポリエステル中に残留している。


【0012】また、上記ポリエステル中の残留触媒を不活性化するために用いる不活性化剤としては、例えばn-オクタデシルホスファイト、トリフェニルホスファイト、トリフェニルフォスフェート、イルガノックス 1093（日本チバガイギー社製）、サンドスターP-EPR（サンド社製）、 $As_2O_3$ 、 $As_2O_5$ 等があげられる。

【0013】一方、上記ポリエステルとともに用いるポリアミドとしては、繊維用に生産されているポリカプロラクタムやポリヘキサメチレンアジポアミド等の脂肪族ポリアミドとその共重合体である。なお、上記ポリアミドの末端のアミノ基が、ポリエステル末端のヒドロキシアシルキルエステル基、あるいはカルボキシル基との間でアミド化反応が生じてポリエステルとポリアミドのブロックポリマーが生じるおそれもあるため、特公昭37-14646に開示されている末端アミノ基が実質的に存在していない改良ポリアミドを用いることがより好ましい。上記改良ポリアミドとは、上記ポリアミドの末端のアミノ基を、下記の3種類の置換基のいずれかによって置換し、アミド反応に対し不活性としたものである。

【0014】

【化2】



ここで、Rは水素原子または炭素数1～30の脂肪族、脂環族、芳香族の残基、  $SO_2M$  (Mはアルカリ金属原子)、

あるいは  $-CH_2-(OCH_2-\overset{R_1}{\underset{|}{CH}})_n-OR_2$  ( $R_1$ は水素原子またはメチル基、 $R_2$ は炭素数1～30の脂肪族、脂環族の残基、nは1～500の整数)を表す。

【0015】ただし、上記改良ポリアミドを用いる代わりに、通常のポリアミドを用い、これの末端アミノ基を上記のように置換しうる反応剤（不活性化剤）を併用し、混合溶融紡糸工程において、上記置換による不活性化を達成するようにしてもよい。

【0016】本発明の混合紡糸繊維は、上記各原料を用い、例えばつぎのようにして製造することができる。す

なわち、まず、例えば図1に模式的に示すスクリーデザインのスクリー10を備え二軸が同方向に回転する二軸押出機、あるいは、例えば図2に模式的に示すニーディングディスク11と上記スクリー10とを組み合わせ二軸が同方向に回転する二軸押出機において、上流側と下流側の2箇所に原料供給口1、2が設けられ、それぞれの下流側に脱気口3、4が設けられたものを用

7

い、まず、上記上流側の原料供給口1に、残留触媒を含んだポリエステルを、上記残留触媒を完全に不活性化しうる量の不活性化剤とともに供給する。一方、下流側の原料供給口2に脂肪族ポリアミドを供給し、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルがアミドエステル交換反応に不活性となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを溶解混合する。このようにして、上記上流側から供給したポリエステルの海成分とし、下流側から供給した脂肪族ポリアミドを島成分とする海島構造の溶解体組成物が得られる。

【0017】このとき、スクリュウデザイン（あるいはニーディングディスクデザイン）、パレル温度、スクリュウ回転数等を適宜選択することにより、上記島成分となる脂肪族ポリアミドが、体積2000～4000立方ミクロンとなるよう設定することが必要である。すなわち、島成分の体積が上記範囲外では、実用的な混合紡糸繊維が得られないからである。

【0018】つぎに、上記海島構造の溶解体組成物を、ノズルから紡出し、公知の方法で冷却固化し、必要に応じて延伸熟処理を行うことにより、目的とする混合紡糸繊維を得ることができる。

【0019】このとき、ノズル径、溶解体組成物押し出し速度等を調節することにより、上記島成分の断面積が、0.2～0.8平方ミクロンとなるよう設定しなければならない。すなわち、島成分の体積を上記のように規定し、断面積をこのように規定することにより、得られる混合紡糸繊維から海成分を除去した島成分の極細繊維が、繊維度0.002～0.008デニール、繊維長10～50mm程度となる（極細繊維の比重を1.111として計算）。上記繊維度および繊維長の極細繊維を、ポリエステルとポリアミドの混合紡糸繊維から製造することは、従来、両者の間にブロックポリマーやランダム共重合体が生成するためできなかったが、本発明では、上記のように、ポリエステル中の残留触媒を、二軸押出機内の上流側で、不活性化剤によって不活性化するため、下流側で供給される脂肪族ポリアミドとポリエステルとが混合溶解される段階では、上記ポリエステルが不活性に変性しており、両者の間にブロックポリマーやランダム共重合体が生成することがない。したがって、上記2成分を鮮明に、しかも島成分の体積を一定範囲内に保持した状態で分散させることができる。そして、このようにして得られた混合紡糸繊維は、従来はポリエステルとポリアミド間に生成するブロックポリマーやランダム共重合体によって分離不可能であったポリエステルとポリアミドとを、簡単に分離して一方の成分のみにすることができる。すなわち、海成分または島成分であるポリエステルの、アルカリ鹼化処理によって容易に除去することができるのであり、ポリアミドが海成分である場合には、上記アルカリ鹼化処理によって、簡単に多孔質繊維が得られ、逆にポリアミドが島成分である場合には、上

8

記アルカリ鹼化処理によって、簡単に極細繊維を得ることができる。

【0020】なお、上記混合紡糸繊維は、木綿や羊毛のような短繊維、絹のような長繊維、あるいはメルトブロー法によるスパンボンド（不織布）等、各種の形態の繊維素材として用いることができる。そして、短繊維からは、紡績、織編工程を経るか不織布とすることにより繊維製品が得られ、長繊維からは加工糸としての織編工程、後加工工程を得ることにより繊維製品が得られる。

10 なお、上記メルトブロー法は、例えば米国特許3,755,527や米国特許3,849,241に開示されているように、ポリマーの溶解体組成物から直接不織布を得る方法である。

【0021】また、上記製法では、二軸押出機の上流側の原料供給口1にポリエステルの供給するようにしたが、上流側の原料供給口1に脂肪族ポリアミドを、このポリアミドの末端アミノ基を完全に置換しうる化学置換剤とともに供給し、下流側の原料供給口2に、残留触媒を含んだポリエステルの供給を、上記残留触媒を完全に不活性化しうる量の不活性化剤とともに供給し、上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性化となるよう変性するとともに上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルがアミドエステル交換反応に不活性となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを溶解混合し、上記ポリエステルが体積2000～4000立方ミクロンの島成分を形成するようにしてもよい。これにより、上記海島構造とは2成分の海・島が入り替わった構成の混合紡糸繊維を得ることができる。

30 【0022】なお、上記脂肪族ポリアミドとしては、末端アミノ基が何ら処理されていないものを、化学置換剤とともに用いる以外に、前記のような、末端アミノ基が置換されアミド反応に対し不活性化された改良型ポリアミドを用いることができる。この場合には、上記化学置換剤の併用が不要となる。

【0023】さらに、上記製法では二軸押出機を用いているが、一軸押出機を用いても差し支えない。この場合には、単一の原料供給口に、残留触媒を含んだポリエステルと、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しうる量の不活性化剤と、脂肪族ポリアミドと、上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を完全に置換して不活性化しうる量の化学置換剤とを供給し、上記ポリエステルの残留触媒を不活性化しポリエステルがアミドエステル交換反応に不活性となるよう変性するとともに上記脂肪族ポリアミドの末端アミノ基を置換しアミド化反応に不活性化となるよう変性しながら、ポリエステルと脂肪族ポリアミドとを溶解混合し、両者のいずれか一方が体積2000～4000立方ミクロンの島成分を形成し、いずれか他方が海成分を形成してなる海島構造の溶解体組成物とすることができる。この方法によっても、上記と

同様、優れた混合紡糸繊維を得ることができる。

【0024】つぎに、実施例について比較例と併せて説明する。

【0025】

【実施例1】テレフタル酸とエチレングリコールから二酸化ゲルマニウムを触媒にして製造された、IV 0.60カルボキシル基当量 $25\text{eq}/10^6\text{g}$ 、DEG 1.80モル%のポリエチレンテレフタレート42gと、 $\epsilon$ -カプロラクタムを熔融重合して製造された、 $\eta_{\text{rel}}$  3.50アミノ基当量 $45\text{eq}/10^6\text{g}$ 、 $M_n=22000$ のポリカプロラクタム28gおよびトリフェニルホスファイト0.42gを、内容積50mlのバッチ式小型ニーダー（プラベンダー社製、プラストグラフ）に仕込み、温度 $270^\circ\text{C}$ 、回転数 $50\text{rpm}$ で上\*

\*記ポリエステルとポリアミドを熔融混合させ、熔融から5分後、10分後、15分後の熔融混合試料を取り出し、各試料におけるポリエステル含有率（重量%）を求めた。なお、上記ポリエステル含有率は、凍結粉碎した試料1gからポリエステルの、トリフロロ酢酸とメチレンクロライドを容積比1:10で混合した混合溶剤20mlで加熱抽出して、その抽出量から計算した。また、溶剤抽出後の試料の赤外線吸収を測定して、ポリエステルに帰属する波数 $1720\text{cm}^{-1}$ の有無を調べることにより、各試料中にポリエステルとポリアミドのブロックポリマーが生成していないか否かを調べた。これらの結果を下記の表1に示す。

【0026】

【表1】

熔融混合の時間（分）	5	10	15
ポリエステル含有率（%）	60	60	60
抽出後の試料の波数 $1720\text{cm}^{-1}$ での赤外線吸収の有無	無	無	無

【0027】上記の結果から、添加したポリエステルと抽出されたポリエステルに差がないこと、抽出後の試料において、ポリエステルの存在に示す赤外線吸収が認められないことから、これらの熔融混合試料には、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーが含有されていないことがわかる。

【0028】

【比較例1】トリフェニルホスファイトを添加しなかつ※30

※た。それ以外は全て上記実施例1と同様にして、3種類の熔融混合試料を得た。これらについて、上記と同様にして、ポリエステル含有率と、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーの有無を調べた。これらの結果を下記の表2に示す。

【0029】

【表2】

熔融混合の時間（分）	5	10	15
ポリエステル含有率（%）	58	56	56
抽出後の試料の波数 $1720\text{cm}^{-1}$ での赤外線吸収の有無	有	有	有

【0030】上記の結果から、抽出されたポリエステルの量が減っており、抽出後の試料において、ポリエステルの存在に示す赤外線吸収が認められることから、これらの熔融混合試料には、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーが含有されていることがわかる。

【0031】

【実施例2】上記実施例1で用いたポリアミドの末端アミノ基当量（ $45\text{eq}/10^6\text{g}$ ）に対応する化学置換

剤として無水フタル酸0.186gをポリアミドとともに添加した。それ以外は全て上記実施例1と同様にして、3種類の熔融混合試料を得た。これらについて、上記と同様にして、ポリエステル含有率と、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーの有無を調べた。これらの結果を下記の表3に示す。

【0032】

【表3】

熔融混合の時間 (分)	5	10	15
ポリエステル含有率 (%)	60	60	60
抽出後の試料の波数 $1720\text{ cm}^{-1}$ の赤外線吸収の有無	無	無	無

【0033】上記の結果から、添加したポリエステルと抽出されたポリエステルに差がないこと、抽出後の試料において、ポリエステルの存在に示す赤外線吸収が認められないことから、これらの熔融混合試料には、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーが含有されていないことがわかる。

【0034】

【実施例3】 $L/D=30$ 、直径30mmの、同方向回転のスクリーと、第1の原料供給口、第1の脱気口、第2の原料供給口、第2の脱気口のそれぞれの間にニーディングディスクを須に配設した二軸押出機において、スクリーの回転数150rpm、バレル温度270℃に設定した。この二軸押出機の上流側の原料供給口に、実施例1で用いたポリエステル6kg/hと、ポリエステルの残留触媒の不活性化に充分な添加剤（不活性化剤）としてトリフェニルホスファイト60g/hを同時に供給し、10Torrの脱気口を経由させ、下流側の原料供給口に、実施例1で用いたポリアミド4kg/hを供給し、再び10Torrの脱気口を経由させた。そして、ポリエステルとポリアミドの熔融体組成物10kg/hを形成させ、ついで24ホール×2のノズルを装備したフィラメントの紡糸ヘッドに供給して、500d/24fの未延伸糸を1500m/分で巻き取った。この未延伸糸を、3.33倍に延伸して150d/24fの混合紡糸繊維をつくり、混合紡糸繊維の筒編品をつくった。得られた製品について、上記と同様にしてポリエステル含有率と、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーの有無を調べた結果、得られた製品にはポリエステルとポリアミドのブロックポリマーが含有されていないことがわかった。また、得られた極細繊維の断面積および繊維長を顕微鏡で観察しながら測定し、そのデータにもとづき体積を算出した。その結果は、下記の表4に示すとおりであった。さらに、得られた混合紡糸繊維の筒編品を、温度60℃の苛性ソーダ水溶液で処理したところ、溶剤抽出して得たポリアミドの極細繊維の筒編品と変わらないことがわかった。

【0035】

【表4】

断面積 (平方ミクロン)	0.4~0.5
繊維長 (mm)	10~25
体積 (立方ミクロン)	5000~10000

【0036】

【実施例4】実施例3において、ポリアミドの末端アミノ基 ( $45\text{eq}/10^6\text{g}$ ) の置換に充分な化学置換剤として、無水フタル酸26.6g/hをポリアミドと同時に供給する以外は、全て上記実施例3と同様にして、目的とする混合紡糸繊維を得た。得られた混合紡糸繊維は、上記と同様の測定により、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーを含有していないことがわかった。また、この混合紡糸繊維から得られた極細繊維の形状は、上記と同様の測定により、下記の表5に示すとおりであった。

【0037】

【表5】

断面積 (平方ミクロン)	0.6~0.7
繊維長 (mm)	14~33
体積 (立方ミクロン)	10000~20000

【0038】上記表4および表5の結果から、ポリアミドとともに化学置換剤である無水フタル酸を用いなくても極細繊維を得ることができるが、ポリアミドとともに無水フタル酸を併用した方が、より繊維長の長い好ましい極細繊維が得られることがわかる。

【0039】

【実施例5】実施例3の二軸押出機において、スクリー一回転数を50rpmに変えるとともに、ニーディングディスクを小さくして低剪断型に変えた。それ以外は全て上記実施例3と同様にして、目的とする混合紡糸繊維を得た。得られた混合紡糸繊維は、上記と同様の測定により、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーを含有していないことがわかった。また、この混合紡糸繊維から得られた極細繊維の形状は、上記と同様の測定により、下記の表6に示すとおりであった。

【0040】

【表6】

断面積 (平方ミクロン)	0.6~0.7
繊維長 (mm)	21~43
体積 (立方ミクロン)	15000~30000

【0041】

【比較例2】トリフェニルホスファイトを添加しなかった。それ以外は全て上記実施例3と同様にして、目的とする混合紡糸繊維を得た。得られた混合紡糸繊維は、上記と同様の測定により、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーを含有していることがわかった。また、上記と同様にして、混合紡糸繊維から溶剤抽出とアルカリ酸化を行い、海成分であるポリエステルの除去を行ったところ、部分的な除去にとどまって極細繊維を得ることができなかった。これは、混合紡糸繊維に含有される上記ブロックポリマーにより、ポリエステルとポリアミドが相溶化しているためと考えられる。

【0042】

【実施例6】実施例3で用いた二軸押出機の上流側原料供給口に、実施例1で用いたポリアミド4kg/hと、このポリアミドの末端アミノ基の置換に充分な無水フタル酸26.6g/hを同時に供給し、下流側原料供給口に、実施例1で用いたポリエステル6kg/hとトリフェニルホスフェート60g/hを同時に供給した。それ以外は全て上記実施例3と同様にして、目的とする混合紡糸繊維を得た。得られた混合紡糸繊維は、上記と同様の測定により、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーを含有していないことがわかった。また、この混合紡糸繊維から得られた極細繊維の形状は、上記と同様の測定により、下記の表7に示すとおりであった。

【0043】

【表7】

断面積 (平方ミクロン)	0.7~0.8
繊維長 (mm)	19~43
体積 (立方ミクロン)	15000~30000

【0044】

【実施例7】実施例1で用いたポリエステル7kg/h、トリフェニルホスフェート70g/h、実施例1で用いたポリアミド3kg/h、および無水フタル酸20g/hを、直径30mm、L/D=30の一軸押出機に供給し、バレル温度260℃、スクリュウ回転数50rpmで、ポリエステルとポリアミドの熔融混合を行い、

両者の熔融体組成物を10kg/hで形成させた。この組成物を、前記実施例1と全く同様にして混合紡糸繊維を得た。得られた混合紡糸繊維は、上記と同様の測定により、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーを含有していないことがわかった。また、この混合紡糸繊維から得られた極細繊維の形状は、上記と同様の測定により、下記の表8に示すとおりであった。

【0045】

【表8】

断面積 (平方ミクロン)	0.6~0.7
繊維長 (mm)	21~42
体積 (立方ミクロン)	15000~25000

【0046】

【実施例8】カプロラクタム113g、一方の末端基がメチル化したポリエチレングリコールとモノクロル酢酸を反応させた、分子量2000の、末端がメチル化とカルボキシメチル化したポリエチレングリコール20g、および水40mlを熔融重合した、末端アミノ基がポリエチレングリコールで変性されたポリカプロラクタムを、上記実施例7におけるポリアミドおよび無水フタル酸に代えて用いた。それ以外は上記実施例7と全く同様にして、混合紡糸繊維を得た。得られた混合紡糸繊維は、上記と同様の測定により、ポリエステルとポリアミドのブロックポリマーを含有していないことがわかった。また、この混合紡糸繊維から得られた極細繊維の形状は、上記と同様の測定により、下記の表9に示すとおりであった。そして、この極細繊維は、分散染料に対する染色性が良好であった。

【0047】

【表9】

断面積 (平方ミクロン)	0.5~0.6
繊維長 (mm)	25~30
体積 (立方ミクロン)	12500~18000

【0048】

【実施例9】カプロラクタム113g、ナトリウム、3-カルボキシベンゼンスルホネート2.24g、および水40mlを熔融重合した、末端アミノ基がナトリウム、3-カルボキシベンゼンスルホネートで変性されたポリカプロラクタムを、上記実施例7におけるポリアミドおよび無水フタル酸に代えて用いた。それ以外は上記実施例7と全く同様にして、混合紡糸繊維を得た。得られた混合紡糸繊維は、上記と同様の測定により、ポリエ

15

ステルとポリアミドのブロックポリマーを含有していないことがわかった。また、この混合紡糸繊維から得られた極細繊維の形状は、上記と同様の測定により、下記の表9に示すとおりであった。そして、この極細繊維は、カチオン染料に対する染色性が良好であった。

【0049】

【表10】

断面積 (平方ミクロン)	0.5~0.6
繊維長 (mm)	20~30
体積 (立方ミクロン)	10000~18000

【0050】

【発明の効果】 以上のように、本発明によれば、ポリエステルと脂肪族ポリアミドを構成成分とする海島構造の混合紡糸繊維を簡単に得ることができる。そして、得られた混合紡糸繊維は、ポリエステルとポリアミド間にブ  
 10  
 20

16

方の成分のみにすることができる。すなわち、海成分または島成分であるポリエステルを、アルカリ鹼化処理によって容易に除去することができるのであり、ポリアミドが海成分である場合には、上記アルカリ鹼化処理によって、簡単に多孔質繊維が得られ、逆にポリアミドが島成分である場合には、上記アルカリ鹼化処理によって、簡単に極細繊維を得ることができる。このように、有機溶剤を使用することなく、アルカリ鹼化処理によって簡単にポリエステル成分を除去できることから、極細繊維や多孔質繊維を得るに際し、多額の費用負担がなく、また、保安衛生上、環境対策上の負担もないという利点を有する。

【図面の簡単な説明】

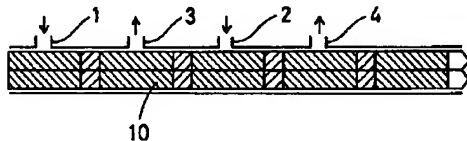
【図1】 本発明の一実施例に用いる二軸押出機のスクリーUDEザインの模式的な説明図である。

【図2】 同じく上記二軸押出機のニーディングディスクの模式的な説明図である。

【符号の説明】

1, 2 原料供給口

【図1】



【図2】

